



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106542584 A

(43)申请公布日 2017.03.29

(21)申请号 201610912573.0

(22)申请日 2016.10.19

(71)申请人 常州大学

地址 213164 江苏省常州市武进区滆湖路1号

(72)发明人 赵文昌 徐广永

(51)Int.Cl.

C01G 51/04(2006.01)

B01J 23/75(2006.01)

C02F 1/30(2006.01)

权利要求书1页 说明书2页

(54)发明名称

一种富缺陷氧化钴光催化剂的制备方法

(57)摘要

本发明公开一种富缺陷氧化钴光催化剂的制备方法,依次包括如下步骤:1)向500mL浓度为1~2mol/L的乙酸钴水溶液中逐滴加入20~30mL浓度为质量浓度为20%~25%的氨水,搅拌2~4h,然后将所得溶液装入有聚四氟乙烯内衬的高压反应釜中,在160~190℃下水热反应10~14h,得到混合物;将所得的混合物离心分离后,去除上层清液,剩余固体物质经洗涤后,转移到烘箱中,60~80℃干燥8h,制得氧化钴;2)将氧化钴粉末置于管式炉中,通入氮气,以2~4℃/min的速度,升温到400~450℃后保持2~2.5h,停止加热后自然降温到室温,即可得到一种富缺陷氧化钴光催化剂。该方法简单,可以大大提高催化剂的催化效率。

1. 一种富缺陷氧化钴光催化剂的制备方法, 其特征在于: 依次包括如下步骤: 1) 向 500mL 浓度为 1~2mol/L 的乙酸钴水溶液中逐滴加入 20~30mL 浓度为质量浓度为 20%~25% 的氨水, 搅拌 2~4h, 然后将所得溶液装入有聚四氟乙烯内衬的高压反应釜中, 在 160~190℃ 下水热反应 10~14h, 得到混合物; 将所得的混合物离心分离后, 去除上层清液, 剩余固体物质经洗涤后, 转移到烘箱中, 60~80℃ 干燥 8h, 制得氧化钴;

2) 将氧化钴粉末置于管式炉中, 通入氮气, 以 2~4℃/min 的速度, 升温到 400~450℃ 后保持 2~2.5h, 停止加热后自然降温到室温, 即可得到一种富缺陷氧化钴光催化剂。

一种富缺陷氧化钴光催化剂的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及环境污染控制新材料领域,尤其涉及一种富缺陷氧化钴光催化剂的制备方法。

背景技术

[0002] 随着科技的发展,来自工农业生产中产生的毒害有机污染物严重威胁着环境和人类的健康,寻求一种新型高效的环境治理技术具有重要的意义。光催化技术因其节能、高效、污染物降解彻底、无二次污染优点,目前已成为一种具有重要应用前景的新兴环境治理技术。近年来,新型高效的可见光光催化剂的研制成为光催化技术中的一个重要研究内容,其中具有表面等离子共振效应的光催化材料,因其独特的表面物理化学性质和高效的可见光光催化性能,成为研究的热点之一。

[0003] 通常,金属化合物的金属原子具有配位饱和的特点,无法通过化学吸附活化氧分子。而氧空位缺陷的构筑克服了该缺点,促进了光生电子从催化剂向氧分子的高效转移。另一方面,缺陷态的出现大幅度扩宽了光催化剂的吸光范围,使其在可见光和近红外光区宽谱范围内俘获太阳能。这就实现了太阳能的有效俘获及能量转换传递,解决了氧化物催化剂在光催化有机合成中的瓶颈问题。

发明内容

[0004] 本发明的目的是为克服现有技术中氧化钴光催化降解污染物过程中的不足,提供一种富缺陷氧化钴光催化剂的制备方法。

[0005] 为此,本发明提供了以下技术方案,一种富缺陷氧化钴光催化剂的制备方法,依次包括如下步骤:

[0006] 1) 向500mL浓度为1~2mol/L的乙酸钴水溶液中逐滴加入20~30mL浓度为质量浓度为20%~25%的氨水,搅拌2~4h,然后将所得溶液装入有聚四氟乙烯内衬的高压反应釜中,在160~190℃下水热反应10~14h,得到混合物;将所得的混合物离心分离后,去除上层清液,剩余固体物质经洗涤后,转移到烘箱中,60~80℃干燥8h,制得氧化钴;

[0007] 2) 将氧化钴粉末置于管式炉中,通入氮气,以2~4℃/min的速度,升温到400~450℃后保持2~2.5h,停止加热后自然降温到室温,即可得到一种富缺陷氧化钴光催化剂。

[0008] 与未处理的氧化钴相比,本发明具有以下优越性:氧化钴经过氮气保护热处理后,表面出现众多缺陷,该缺陷一方面可以促进光生电子向氧分子高效移动,形成氧负离子,另一方面,拓展了催化剂对光的吸收范围。

具体实施方式

[0009] 下面结合实施例来详细说明本发明,但本发明并不仅限于此。

[0010] 实施例1

[0011] 向500mL浓度为2mol/L的乙酸钴水溶液中逐滴加入30mL浓度为质量浓度为25%的

氨水,搅拌4h,然后将所得溶液装入有聚四氟乙烯内衬的高压反应釜中,在190℃下水热反应14h,得到混合物;将所得的混合物离心分离后,去除上层清液,剩余固体物质经洗涤后,转移到烘箱中,80℃干燥8h,制得氧化钴;将氧化钴粉末置于管式炉中,通入氮气,以4℃/min的速度,升温到450℃后保持2.5h,停止加热后自然降温到室温,即可得到一种富缺陷氧化钴光催化剂。

[0012] 将制得的富缺陷氧化钴光催化剂用于处理含酸性大红废水:0.5g富缺陷氧化钴光催化剂加入到200mL浓度为40mg/L的酸性大红废水中,在300w金卤灯照射下,反应50min,脱色率为96.5%。同样质量的普通氧化钴颗粒在相同的条件下,50min时脱色率为80.3%。

[0013] 实施例2

[0014] 向500mL浓度为1mol/L的乙酸钴水溶液中逐滴加入20mL浓度为质量浓度为20%的氨水,搅拌2h,然后将所得溶液装入有聚四氟乙烯内衬的高压反应釜中,在160℃下水热反应10h,得到混合物;将所得的混合物离心分离后,去除上层清液,剩余固体物质经洗涤后,转移到烘箱中,60℃干燥8h,制得氧化钴;将氧化钴粉末置于管式炉中,通入氮气,以2℃/min的速度,升温到400℃后保持2h,停止加热后自然降温到室温,即可得到一种富缺陷氧化钴光催化剂。

[0015] 将制得的富缺陷氧化钴光催化剂用于处理含亚甲基蓝废水:0.5g富缺陷氧化钴光催化剂加入到200mL浓度为40mg/L的亚甲基蓝废水中,在300w金卤灯照射下,反应50min,脱色率为97.7%。同样质量的普通氧化钴颗粒在相同的条件下,50min时脱色率为89.4%。

[0016] 实施例3

[0017] 向500mL浓度为2mol/L的乙酸钴水溶液中逐滴加入20mL浓度为质量浓度为20%的氨水,搅拌2h,然后将所得溶液装入有聚四氟乙烯内衬的高压反应釜中,在160℃下水热反应10h,得到混合物;将所得的混合物离心分离后,去除上层清液,剩余固体物质经洗涤后,转移到烘箱中,60℃干燥8h,制得氧化钴;将氧化钴粉末置于管式炉中,通入氮气,以2℃/min的速度,升温到400℃后保持2h,停止加热后自然降温到室温,即可得到一种富缺陷氧化钴光催化剂。

[0018] 将制得的富缺陷氧化钴光催化剂用于处理含金橙II废水:0.5g富缺陷氧化钴光催化剂加入到200mL浓度为40mg/L的金橙II废水中,在300w金卤灯照射下,反应50min,脱色率为95.5%。同样质量的普通氧化钴颗粒在相同的条件下,50min时脱色率为92.6%。